

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-96546

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月9日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

F I

G 1 1 B 5/82

G 1 1 B 5/82

5/66

5/66

// G 1 1 B 5/84

5/84

A

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平9-254806

(22) 出願日

平成9年(1997) 9月19日

(71) 出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 齋木 淳

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72) 発明者 岡田 英夫

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72) 発明者 宮元 幸博

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 長谷川 曉司

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 ガラス基板と密着性の高いN i P無電解メッキ層を有する磁気記録媒体用基板を提供する。

【解決手段】 表面に、長さが4～20  $\mu$ m、幅が1～5  $\mu$ m、かつアスペクト比が0.3～0.7の微細な凹部を有するガラス基板に、N i P無電解メッキ層を設けてなることを特徴とする磁気記録媒体用基板

**【特許請求の範囲】**

**【請求項1】** 表面に、長さが4～20 $\mu$ m、幅が1～5 $\mu$ m、かつアスペクト比が0.3～0.7の微細な凹部を有するガラス基板に、NiP無電解メッキ層を設けてなることを特徴とする磁気記録媒体用基板

**【請求項2】** ガラス基板表面に対する微細な凹部の面積率が、0.5～50%であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体用基板

**【請求項3】** ガラス基板が、SiO<sub>2</sub>-Li<sub>2</sub>O系結晶化ガラスからなることを特徴とする請求項2記載の磁気記録媒体用基板

**【請求項4】** 表面に、長さが4～20 $\mu$ m、幅が1～5 $\mu$ m、かつアスペクト比が0.3～0.7の微細な凹部を有するガラス基板上に、少なくともNiP無電解メッキ層、下地層、磁性層および保護層を順次に設けてなる磁気記録媒体

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

**【発明の属する技術分野】** 本発明は、磁気記録媒体用基板およびその基板を用いた磁気記録媒体に関するものである。特に、ガラス基板と密着性の高いNiP無電解メッキ層を有する磁気記録媒体用基板に係わる。具体的には、情報産業等で利用される固定型の薄膜磁気記録ディスク等の高記録密度磁気記録媒体における基板に関する。

**【0002】**

**【従来の技術】** 近年、コンピュータなどの情報処理装置の外部記憶装置として固定磁気ディスク装置が多く用いられている。この固定磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスクは、一般に、アルミニウム合金からなる非磁性基板の表面に、NiP無電解メッキ層を形成し、所要の平滑化处理、テクスチャリング処理などを施した後、その上に、非磁性金属下地層、磁性層、保護層、潤滑層などを順次形成して作製されている。

**【0003】** 磁気ディスク装置では、記録再生用ヘッドが磁気記録媒体上を一定の浮上量で移動しているが、近年、磁気記録媒体の面記録密度の急激な増加に伴って、この浮上量が極めて小さくなっている。また、磁気ディスク装置の小型化、軽量化も急速に進んでおり、これらに対応するためには、磁気記録媒体の表面の粗さをより一層小さくすることが必要であり、既に媒体表面粗さはRaで数Å程度まで小さくなっている。さらに、可搬型の固定磁気ディスク装置に対応するために磁気ディスクに要求される耐衝撃性も400G～800Gと高い値となってきたため、耐衝撃性に対して従来のアルミニウム合金からなる基板では対応が難しくなっている。そこで、耐衝撃性、表面平滑性などの見地から、アルミニウム合金基板に代わって、極めて小さな表面粗さを達成することができ、かつ機械的強度にも優れているガラス基板が使用され始めている。

**【0004】** NiP無電解メッキを施したアルミニウム合金基板においては、多くの場合、その表面に研磨により基板円周方向に同心円状のテクスチャリングが施されている。これは、主に記録再生用のヘッドと磁気記録媒体との間の摩擦特性を良好ならしめ、耐久性を確保することを目的としている。また、近年では磁気ディスク装置作動時のヘッドの浮上量が著しく小さくなっていることに伴い、研磨によるテクスチャリングに代えて、CSゾーンのみレーザビームによるテクスチャリング、すなわちレーザビームにより突起を形成することが試みられている。（特開平8-129749号公報等）

**【0005】** しかしながら、NiP無電解メッキを施したアルミニウム合金基板とは異なり、ガラス板に直接レーザビームを照射して突起を形成することは、突起形状制御性が悪いため極めて困難である。そこで、レーザテクスチャー技術をガラス基板に適用するためには、予め基板上にNiP無電解メッキ層を形成する必要がある。

**【0006】** 特開昭61-54018号公報等には、ガラス基板上にNiP無電解メッキ膜を形成することが提案されている。ところが、ガラス基板へ無電解メッキ法によりNiP層を密着性良く形成することは技術的に困難である。そこで、ガラス基板とNiP無電解メッキ膜の密着性を改善するために、メッキに用いるガラス基板表面を機械的または化学的に粗面化する方法や、無電解メッキの前処理を行う方法が提案されている。例えば、機械的な粗面化方法としては、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等の研磨剤を用いた砥石により表面粗さが中心線平均粗さRaで100Å以上研磨する方法が知られており、化学的な粗面化方法としては、アルカリ脱脂した後、フッ化水素酸等でエッチングする方法が知られている。また、無電解メッキの前処理として、塩化第一スズの溶液で増感し、続いて塩化パラジウムの溶液で活性化する方法などが提案されている。（特開平7-272263号公報等。）

**【0007】**

**【発明が解決しようとする課題】** しかしながら、これらの方法では、ガラス基板上に良好な磁気ディスクを得るに十分な密着性と平滑性を有するNiP層を無電解メッキ法で形成することができなかった。本発明は、上述の点に鑑みなされたものであり、その目的は、ガラス基板とNiP無電解メッキ層との密着性に優れ、高い耐衝撃性、表面平滑性を有し、しかも、ヘッドの低浮上高さが安定して得られる磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体を提供することにある。

**【0008】**

**【課題を解決するための手段】** 本発明者らは、上記実情に鑑み鋭意検討した結果、表面に特定の微細形状の凹部を有するガラス基板を用いることにより、上記の諸要件を満たす優れたNiP層が基板上に形成されることを見

出し、本発明に達したものである。すなわち、本発明の要旨は、表面に、長さが $4\sim 20\mu\text{m}$ 、幅が $1\sim 5\mu\text{m}$ 、かつアスペクト比が $0.3\sim 0.7$ の微細な凹部を有するガラス基板に、NiP無電解メッキ層を設けてなることを特徴とする磁気記録媒体用基板に存する。

【0009】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の磁気記録媒体用基板は、ガラス基板とNiP無電解メッキ層との密着性を向上させるため、表面に特定の微細な凹部を有するガラス基板が使用される。本発明によれば、基板表面の凹部は、走査型電子顕微鏡（SEM）の2次電子像により、黒い部分として観察、測定される。すなわち、凹部は、SEMの2次電子像で観察した場合、影にあたるため、黒く観察される。具体的には、凹部の長さ及び幅は、倍率600倍のSEMを用いて、基板表面を2次電子線のディテクターに対し40度傾けて、観察し、測定される。

【0010】本発明においては、本発明の磁気記録媒体用基板は、ガラス基板とNiP無電解メッキ層との密着性を向上させるため、凹部の長さが $4\sim 20\mu\text{m}$ 、幅が $1\sim 5\mu\text{m}$ である微細な凹部を有するガラス基板が使用される。凹部の長さ及び幅が、上記範囲未満の場合あるいはこの範囲を越える場合は、NiP無電解メッキ層との密着性が十分得られない。ここで、凹部の長さとは、凹部の最長な直線部分を、幅とはその長さに垂直な方向での最長な直線部分を示す。また、個々の凹部の長さ、幅が異なる場合には、20個以上の平均値を凹部の長さ、幅とする。

【0011】また、凹部のアスペクト比は $0.3\sim 0.7$ であることが必要である。ここで、アスペクト比とは、穴の最大幅と最大長の比（最大幅／最大長）を示す。アスペクト比が $0.3$ 未満であると、メッキ時にNiPが入りづらくなる。又、 $0.7$ を越えるとアンカー効果が弱くなり好ましくない。さらには、凹部の面積率は、SEMの600倍で観察した場合に、基板表面に対し $0.5\sim 50\%$ であることが好ましい。面積率が $0.5\%$ 未満及び $50\%$ を越えるとメッキの密着性が弱くなりやすい。

【0012】ガラス基板の材質としては、特に限定されないが、結晶化ガラスが好ましく、更には $\text{SiO}_2\text{—Li}_2\text{O}$ 系の結晶化ガラスが好適に使用される。これは、結晶化ガラスを用いると基板表面のアモルファス領域を選択的にエッチングできるため、表面の平滑性をある程度損なうことなく、適切に微細な凹部を形成できるため好適である。結晶化の度合いが小さい場合には、均一なエッチングによって微細な凹みが形成されず密着性が悪化しやすい。

【0013】使用されるガラス基板は、予めその表面が研磨処理により鏡面仕上げされていてもされていなくても良いが、工業的な生産においては、工程を減らす意味で研磨処理を施さない方法が好適である。ガラス基板の

表面の微細な凹部は、ラッピング処理、研削処理、及び研磨処理後に、エッチングすることにより形成される。

【0014】例えば、結晶化ガラスに対しては、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等の研磨材を含有する研磨液組成物で研磨した後、化学エッチング処理を行うことにより、表面に微細な凹部を形成することができる。研磨方法としては、公知の方法が用いられ、例えば、固定砥粒による研削処理（グライディング）を行い、次に研磨液を研磨布又は研磨パット等へ供給しながら、ガラス基板表面を研磨する方法が挙げられる。研磨処理により得られたガラス基板の中心線表面粗さは、 $0.01\sim 1.0\mu\text{m}$ が好ましく、更には $0.01\sim 0.5\mu\text{m}$ が好適である。

【0015】エッチング液としては、フッ酸系エッチング液を用いて化学エッチング処理を行うことが好ましい。例えば、フッ酸、フッ化カリウム、フッ化アンモニウム、酸性フッ化アンモニウム（ $\text{NH}_4\text{F}\cdot\text{HF}$ ）等を使用することができ、中でも酸性フッ化アンモニウムを含有する水溶液が好適である。凹部の大きさは、エッチング液の濃度、処理温度、処理時間などを適宜選択することにより制御することが可能である。

【0016】本発明の磁気記録媒体用基板は、上記ガラス基板を、公知の方法により順次、感受性化工程、活性化工程およびNiP無電解メッキ工程を通じて製造される。そして、通常は、感受性処理の前には、脱脂処理が設けられる。また、各工程間には水洗工程が設けられ、洗浄水としては、イオン交換水または超純水が適宜使用され、適宜水洗浴の中で、揺動を行うと良い。

【0017】脱脂工程は、ガラス基板の表面を洗浄する工程であり、例えば、超純水、アルカリ洗浄剤、酸洗浄剤、界面活性剤などを使用する方法が挙げられる。感受性化工程および活性化工程は、ガラス基板にNiP無電解メッキを開始させるために必要な触媒活性を与える工程である。すなわち、ガラス表面は触媒活性がないため、無電解メッキを開始するためには、ガラスの表面にAu、Pt、Pd、Ag等の貴金属の触媒核を形成することが必要である。

【0018】上記の各工程は、公知の方法により、次のように実施される。（表面技術Vol. 44 No. 10、1993「ガラスと無電解ニッケルめっきの密着性」、堀田慎一他参照。）

感受性化工程において、まず、Sn、Ti、Pd、Hg等からなる2価の金属イオンを吸着させる。通常、 $0.05\text{g/l}$ 程度の塩化スズ水溶液が好適に使用され、常温で塩化スズ水溶液中に2分程度浸漬し、水洗する。次に、活性化工程として、前記の触媒核となる貴金属を含む含む活性化処理溶液に上記のガラス基板を浸漬し、吸着した2価の金属イオンの還元作用により、ガラス基板の表面に触媒核を形成させる。通常、 $0.05\text{g/l}$ 程度の塩化パラジウム水溶液が好適に使用され、常温で塩化パラジウム水溶液中に2分程度浸漬し、水洗する。感

受性化工程と活性化工程は、塩化スズと塩化パラジウムとの混合水溶液を使用することにより同一の工程としても良い。

【0019】活性化工程で処理されたガラス基板は、公知の方法によってNiP無電解メッキされる。通常、市販のNiP無電解メッキ浴が使用され、ガラス基板はメッキ浴中で所定時間処理される。NiP無電解メッキ層の厚さは任意に選択されるが、良好な磁気記録媒体のためには、1~10 $\mu$ mの範囲が良い。

【0020】本発明者らの知見によれば、ガラス基板とNiP層との密着性を高めるためには、物理的アンカー効果を高めることが必要であり効果的である。すなわち、本発明によれば、化学エッチング処理により基板表面に形成した長さが4~20 $\mu$ m、幅が1~5 $\mu$ m、かつアスペクト比が0.3~0.7の微細な凹部内に、感受化処理によりSnが入り込み、さらに活性化処理により還元作用でPdが入り込むと考えられる。従って、NiPメッキ処理でNiP膜が形成される際に、この微細な穴の中にNiP膜が形成されるため、物理的アンカー効果を高め、これによりガラス基板とNiPメッキ層との密着を強固にするものと思われる。

【0021】NiP無電解メッキを施したガラス基板は、必要に応じて研磨処理を行ったり、レーザービームによるテキスチャリング、機械テキスチャリング等のテキスチャー処理を適宜行うことができる。次いで、常法に従って磁気記録層を形成する。通常はCr下地層、磁性層、保護層及び潤滑層の順に各層が積層されるように形成する。

【0022】Cr下地層の膜厚は、磁気記録媒体に所望の磁気特性に合わせて設定するが、通常は100~1000Åである。Cr下地層は通常は純Crで形成するが、合計で20原子%程度までの他の元素を含有させてもよい。Cr下地層は通常は1層であるが、所望ならば複数の層からなる多層膜とすることもできる。磁性層は通常はCo系合金、例えばCoNiCr, CoCr, CoCrTa, CoCrPt, CoCrPtTa, CoCrPtB, CoNiPt, CoNiCrBTa, CoSmなどで形成する。磁性層の膜厚は通常100~500Åである。磁性層も1層であつても多層であつてもよい。

【0023】保護層は通常はアモルファスカーボン、水素化カーボンなどの炭素材料や、シリカ、ジルコニアなどの金属酸化物で形成され、その膜厚は通常30~500Å、好ましくは30~200Åである。保護層も1層であつても多層であつてもよい。潤滑層はフッ素系液体潤滑剤などを保護層に塗布することにより形成される。なお、保護層と潤滑層とは、磁気記録媒体として不可欠ではないが、磁気記録媒体の耐久性や記録再生用ヘッドとの摩擦特性などからして、この両層を設けておくのが極めて望ましい。

【0024】下地層、磁性層及び保護層の形成は、直流スパッタリング法、高周波スパッタリング法、真空蒸着法など、常法により行うことができる。本発明によれば、上記のようなガラス基板にNiP無電解メッキを行うことにより、ガラス基板とNiP無電解メッキ膜との剥離等を引き起こさない充分な強さの密着性を有し、耐衝撃性に優れた磁気記録媒体を得ることが可能となる。

【0025】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。なお、各実施例において、以下の条件で測定、評価を行った。

(1) ガラス基板の表面形状

倍率600倍の走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて、2次電子線のディテクターに対し40度傾けて観察し、基板表面の凹部の長さ・幅、アスペクト比および基板表面に対する凹部の面積率を求めた。

【0026】(2) ガラス基板とNiP無電解メッキ層との密着性

JISK5400 8.15の基盤目試験により密着性を評価した。評価点数10は良好な密着性を有することを示す。

(3) 中心線表面粗さ

中心線表面粗さ(Ra)は、先端が $\phi 0.2\mu$ mの触針を有する表面粗さ計(ケーエルエー・テンコール社製P-12)により、計測長240 $\mu$ mで行い平均値を求め、評価した。

【0027】実施例1

市販のSiO<sub>2</sub>-Li<sub>2</sub>O系の結晶化ガラスを使用し、固定砥粒による研削(グライディング)処理を行った後、フジミインコーポレーティッド社製人造研削剤F0(複合人造エメリー、比重3.90以上、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 45重量%以上、TiO<sub>2</sub>: 2.0重量%以下、ZrSiO<sub>4</sub> 9重量%以下)の粒度区分#1000(最大粒子径27 $\mu$ m以下)でラッピングを行った。得られたの基板の中心線表面粗さ(Ra)は0.3 $\mu$ mであった。

【0028】次にガラス用アルカリ洗剤(株式会社パーカーコーポレーション製PK-LCG22)により浴温50℃で10分の洗浄処理後、次いで水洗後、酸性フッ化アンモニウム(関東化学株式会社製NH<sub>4</sub>F・HF JIS番号K8817)50g/l中に、室温で2分間、上記結晶化ガラスを浸漬してエッチング処理を行い、水洗を行った。得られたガラス基板表面の微細凹部のアスペクト比は0.59、凹部の面積率は13.4%であった。

【0029】次に、微細凹部を有するガラス基板を、市販の0.05g/lのSnCl<sub>2</sub>水溶液に室温で2分間浸漬し、水洗を行い、感受性化処理を行った。その後、市販の0.05g/lのPdCl<sub>2</sub>水溶液に室温で2分間浸漬し、水洗を行い活性化処理を行った。次いで、N

i P 無電解メッキで膜厚 1 5  $\mu$  m の N i P 層を成膜した。さらに、1 5 0 °C で 1 時間のベーキング処理を行った。このようにして得られた N i P 層とガラス基板の密着性を評価した結果、評価点数が 1 0 であり、良好な密着性を有することが確認された。

【0 0 3 0】実施例 2 ~ 3

研磨処理後の中心線表面粗さ (R a) を表 1 に示す条件とした以外は実施例 1 と同様の方法で、ガラス基板に N i P 無電解メッキ層を形成した。エッチング処理後の基板表面形状と、ガラス基板と N i P 無電解メッキ層との密着性を表 1 に示す。いずれも、密着性の評価点数は 1

0 であり、良好な密着性を有する。

【0 0 3 1】比較例 1

研磨処理後の中心線表面粗さ (R a) を表 1 に示す条件とした以外は実施例 1 と同様の方法で、ガラス基板に N i P 無電解メッキ層を形成した。エッチング処理後の基板表面形状と、ガラス基板と N i P 無電解メッキ層との密着性を表 1 に示す。密着性の評価点数は 5 であり、十分な密着性を得ることができなかった。

【0 0 3 2】

【表 1】

	中心線 表面粗さ ( $\mu$ m)	凹部		アスペクト比	密着性	
		長さ ( $\mu$ m)	幅 ( $\mu$ m)		面積率 (%)	評価点数
実施例 1	0. 3	4. 9	2. 9	0. 59	13. 4	10
実施例 2	0. 05	3. 4	2. 1	0. 61	2. 7	10
実施例 3	0. 09	3. 1	1. 5	0. 48	1. 3	10
比較例 1	0. 0005	3. 4	3. 3	0. 95	0. 3	5

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-096546

(43)Date of publication of application : 09.04.1999

(51)Int.Cl.

G11B 5/82  
G11B 5/66  
// G11B 5/84

(21)Application number : 09-254806

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEMICAL CORP

(22)Date of filing : 19.09.1997

(72)Inventor : SAIKI ATSUSHI

OKADA HIDEO

MIYAMOTO YUKIHIRO

## (54) SUBSTRATE FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the adhesion property of a glass substrate having fine recessed parts of the length, width and aspect ratio having the values of specific ranges and a plating layer and to obtain high impact resistance and surface smoothness by providing this glass substrate with an Nip electroless plating layer.

SOLUTION: The glass substrate having the fine recessed parts of 4 to 20  $\mu\text{m}$  in the length of the recessed parts and 1 to 5  $\mu\text{m}$  in the width is used in order to improve the adhesion property of the glass substrate and the Nip electroless plating layer. The aspect ratio of the recessed parts is specified to 0.3 to 0.7. The aspect ratio indicates the ratio (max. width/max. length) of the max. width and max. length of the holes. If the aspect ratio is below 0.3, Nip hardly enters the recessed parts at the time of plating. When the aspect ratio exceeds 0.7, an anchor effect weakens and such ratio is undesirable. Further, the area rate of the recessed parts is preferably 0.5 to 50% of the substrate surface. The adhesion property of the plating is liable to weaken if the area rate is below 0.5 or exceeds 50%.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-096546

(43)Date of publication of application : 09.04.1999

(51)Int.Cl.

G11B 5/82  
G11B 5/66  
// G11B 5/84

(21)Application number : 09-254806

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEMICAL CORP

(22)Date of filing : 19.09.1997

(72)Inventor : SAIKI ATSUSHI

OKADA HIDEO

MIYAMOTO YUKIHIRO

## (54) SUBSTRATE FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the adhesion property of a glass substrate having fine recessed parts of the length, width and aspect ratio having the values of specific ranges and a plating layer and to obtain high impact resistance and surface smoothness by providing this glass substrate with an Nip electroless plating layer.

SOLUTION: The glass substrate having the fine recessed parts of 4 to 20  $\mu\text{m}$  in the length of the recessed parts and 1 to 5  $\mu\text{m}$  in the width is used in order to improve the adhesion property of the glass substrate and the Nip electroless plating layer. The aspect ratio of the recessed parts is specified to 0.3 to 0.7. The aspect ratio indicates the ratio (max. width/max. length) of the max. width and max. length of the holes. If the aspect ratio is below 0.3, Nip hardly enters the recessed parts at the time of plating. When the aspect ratio exceeds 0.7, an anchor effect weakens and such ratio is undesirable. Further, the area rate of the recessed parts is preferably 0.5 to 50% of the substrate surface. The adhesion property of the plating is liable to weaken if the area rate is below 0.5 or exceeds 50%.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] A substrate for magnetic-recording data medium characterized by length coming to prepare a NiP electroless deposition layer at a glass substrate with which 4-20 micrometers and width of face have 1-5 micrometers, and an aspect ratio has a detailed crevice of 0.3-0.7 in the surface [claim 2] A substrate for magnetic-recording data medium according to claim 1 with which a detailed rate of area of a crevice to the glass substrate surface is characterized by being 0.5 - 50% [claim 3] A substrate for magnetic-recording data medium according to claim 2 characterized by a glass substrate consisting of SiO<sub>2</sub>-Li<sub>2</sub> O system glass ceramics [claim 4] Magnetic-recording data medium by which length comes to prepare a NiP electroless deposition layer, a substrate layer, a magnetic layer, and a protective layer one by one at least on the surface on a glass substrate with which 4-20 micrometers and width of face have 1-5 micrometers, and an aspect ratio has a detailed crevice of 0.3-0.7

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

**DETAILED DESCRIPTION****[Detailed Description of the Invention]**

**[0001]**

**[The technical field to which invention belongs]** This invention relates to magnetic-recording data medium which used the substrate for magnetic-recording data medium, and its substrate. Especially, it is involved in a glass substrate and the substrate for magnetic-recording data medium which has the high NiP electroless deposition layer of adhesion. Specifically, it is related with the substrate in high recording density magnetic-recording data medium, such as a thin film magnetic-recording disk of the cover half used by the information industry etc.

**[0002]**

**[Description of the Prior Art]** In recent years, many hard disk equipments are used as external storage of information processors, such as a computer. After the magnetic disk carried in this hard disk equipment generally forms a NiP electroless deposition layer in the surface of the nonmagnetic substrate which consists of an aluminium alloy and performs necessary data smoothing, texture ring processing, etc., on it, it carries out sequential formation of a non-magnetic metal substrate layer, a magnetic layer, a protective layer, the lubricating layer, etc., and is produced.

**[0003]** In the magnetic disk drive, although the arm head for record playback is moving by the fixed flying height in the magnetic-recording data-medium top, this flying height is very small in recent years with the rapid increment in the surface recording density of magnetic-recording data medium. Moreover, in order for the miniaturization of a magnetic disk drive and lightweight-ization to also progress quickly and to correspond to these, it is required to make still smaller granularity of the surface of magnetic-recording data medium, and data-medium surface roughness is already small to about several angstroms by Ra. Furthermore, since the shock resistance required of a magnetic disk since it corresponds to the hard disk equipment of a portable mold is also becoming 400G-800G, and a high value, in the substrate which consists of the conventional aluminium alloy to shock resistance, correspondence is difficult. Then, the glass substrate which can attain very small surface roughness and is excellent also in the mechanical strength instead of the aluminium alloy substrate from standpoints, such as shock resistance and surface smooth nature, is beginning to be used.

**[0004]** In many cases, in the aluminium alloy substrate which performed NiP electroless deposition, the concentric circle-like texture ring is given to the substrate circumferencial direction by polishing on the surface. If this is good, it mainly closes the friction property between the arm head for record playback, and magnetic-recording data medium, and it aims at securing endurance. Moreover, in recent years, to replace with the texture ring by polishing and to form a projection only in a CSS zone with the texture ring by the laser beam, i.e., a laser beam, in connection with the flying height of the arm head at the time of magnetic disk drive actuation being remarkably small, is tried. (JP,8-129749,A etc.)

**[0005]** However, since the projection configuration controllability is bad, it is very difficult unlike the aluminium alloy substrate which performed NiP electroless deposition, to irradiate a direct laser beam and to form a projection in a glass plate. So, in order to apply laser texture technology to a glass substrate, it is necessary to form a NiP electroless deposition layer on a substrate beforehand.

**[0006]** Forming a NiP electroless deposition film on a glass substrate is proposed by JP,61-54018,A. However, it is technically difficult to form a NiP layer in a glass substrate with sufficient adhesion by the electroless deposition method. Then, in order to improve the adhesion of a glass substrate and a NiP electroless deposition film, the method of split-face-izing the glass substrate surface used for plating mechanically or chemically and the method of performing pretreatment of electroless deposition are proposed. for example, -- as the mechanical split-face-ized method -- aluminum 2O3 etc. -- the method which 100A or more of surface roughness grinds by center line average-of-roughness-height Ra with the grinding stone using an abrasive material is learned, and as the chemical \*\*\*\*-ized method, after carrying out alkaline degreasing, the method of etching by a hydrofluoric acid etc. is learned. Moreover, the method

continuously carried out sensitization and activated with the solution of a palladium chloride with the solution of a stannous chloride as pretreatment of electroless deposition is proposed. (JP,7-272263,A etc.)

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, by these methods, the NiP layer which has sufficient adhesion and smooth nature to obtain a good magnetic disk was not able to be formed by the electroless deposition method on the glass substrate. This invention is made in view of an above-mentioned point, and the purpose is excellent in the adhesion of a glass substrate and a NiP electroless deposition layer, and it has high shock resistance and surface smooth nature, and is in moreover offering the substrate for magnetic-recording data medium and magnetic-recording data medium by which the low surfacing height of an arm head is obtained by being stabilized.

[0008]

[Means for Solving the Problem] this invention persons reach [ that an outstanding NiP layer which satisfies many above-mentioned requirements is formed on a substrate, and ] a header and this invention by using for the surface a glass substrate which has a crevice of a specific detailed configuration, as a result of inquiring wholeheartedly in view of the above-mentioned actual condition. That is, a summary of this invention consists in a substrate for magnetic-recording data medium with which length is characterized by coming to prepare a NiP electroless deposition layer in a glass substrate with which 4-20 micrometers and width of face have 1-5 micrometers, and an aspect ratio has a detailed crevice of 0.3-0.7 on the surface.

[0009] Hereafter, this invention is explained to details. In order that a substrate for magnetic-recording data medium of this invention may raise the adhesion of a glass substrate and a NiP electroless deposition layer, a glass substrate which has a specific detailed crevice is used for the surface. According to this invention, a crevice on the surface of a substrate is observed and measured as a black portion with a secondary electron image of a scanning electron microscope (SEM). That is, since a shadow is hit when it observes by secondary electron image of SEM, a crevice is observed black. Using SEM 600 times the scale factor of this, length and width of face of a crevice lean the substrate surface 40 degrees to a detector of a secondary electron line, observe it, and, specifically, are measured.

[0010] In this invention, in order that a substrate for magnetic-recording data medium of this invention may raise the adhesion of a glass substrate and a NiP electroless deposition layer, a glass substrate which has a detailed crevice whose width of face the length of a crevice is 4-20 micrometers, and is 1-5 micrometers is used. When length and width of face of a crevice cross a case of under the above-mentioned range, or this range, adhesion with a NiP electroless deposition layer is not acquired enough. Here, the length of a crevice indicates a part for a longest bay in a direction perpendicular to the length to be width of face for a part for a longest crevice bay. Moreover, when the length of each crevice differs from width of face, let the averages of 20 or more pieces be the length of a crevice, and width of face.

[0011] Moreover, an aspect ratio of a crevice needs to be 0.3-0.7. Here, an aspect ratio shows the maximum width of a hole, and maximum length's ratio (maximum width/maximum length). NiP is it hard coming to enter that an aspect ratio is less than 0.3 at the time of plating. Moreover, an anchor effect becomes weak and is not desirable if 0.7 is exceeded. Furthermore, when it observes by 600 times of SEM, as for a rate of area of a crevice, it is desirable that it is 0.5 - 50% to the substrate surface. The adhesion of plating will tend to become weak if a rate of area exceeds less than 0.5% and 50%.

[0012] Especially as the quality of the material of a glass substrate, although not limited, glass ceramics are desirable and glass ceramics of a SiO<sub>2</sub>-Li<sub>2</sub>O system are used further suitably. Without spoiling surface smooth nature to some extent, since an amorphous field on the surface of a substrate can be alternatively etched if crystallization glass is used, since this can form a detailed crevice appropriately, it is suitable. When a degree of crystallization is small, a detailed depression is not formed of uniform etching, but adhesion tends to get worse by it.

[0013] Although a glass substrate used does not have to be carried out even if mirror plane finishing of the surface is beforehand carried out by polishing processing, in industrial production, a method of not performing polishing processing in semantics which reduces a production process is suitable for it. A crevice where the surface of a glass substrate is detailed is formed by etching after wrapping processing, grinding processing, and polishing processing.

[0014] for example, glass ceramics -- receiving -- aluminum 2O<sub>3</sub> etc. -- after grinding with a polishing liquid constituent containing an abradant, a detailed crevice can be formed in the surface by performing chemical etching processing. A method of grinding the glass substrate surface is mentioned a well-known method being used as the polishing method, for example, performing grinding processing (gliding) by bonded abrasive, and supplying polishing liquid to abrasive cloth or polishing putt then. Center line surface roughness of a glass substrate obtained by polishing processing has desirable 0.01-1.0 micrometers, and further 0.01-0.5 micrometers is suitable for it.

[0015] It is desirable to perform chemical etching processing, using a fluoric acid system etching reagent as an etching reagent. For example, an aqueous solution which can use fluoric acid, a potassium fluoride, ammonium fluoride, acid

ammonium fluoride ( $\text{NH}_4\text{F}$ -HF), etc., and contains acid ammonium fluoride especially is suitable. Magnitude of a crevice can be controlled by choosing suitably concentration of an etching reagent, processing temperature, the processing time, etc.

[0016] A substrate for magnetic-recording data medium of this invention is manufactured one by one in the above-mentioned glass substrate through a susceptibility-ized production process, an activation production process, and a NiP electroless deposition production process by well-known method. And before susceptibility processing, degreasing processing is usually prepared. Moreover, it is good to establish a rinsing production process between each production process, to use ion exchange water or ultrapure water suitably as wash water, and to rock in a wash bath suitably.

[0017] A degreasing production process is a production process which washes the surface of a glass substrate, for example, a method of using ultrapure water, an alkali cleaner, an acid cleaning agent, a surfactant, etc. is mentioned. A susceptibility-ized production process and an activation production process are production processes which give catalytic activity required in order to make a glass substrate start NiP electroless deposition. That is, the glass surface needs to form a catalyst nucleus of noble metals, such as Au, Pt, Pd, and Ag, on the surface of glass, in order to start electroless deposition, since there is no catalytic activity.

[0018] Each above-mentioned production process is carried out as follows by well-known method. (Reference besides the adhesion of surface technical Vol.44 No.10, and 1993"glass and non-electrolyzed nickel plating", and Shin-ichi Hotta.)

A divalent metal ion which consists of Sn, Ti, Pd, Hg, etc. is made to adsorb first in a susceptibility-ized production process. Usually, it is used suitably, and in ordinary temperature, a tin chloride aqueous solution of a 0.05 g/l degree is immersed about 2 minutes into a tin chloride aqueous solution, and rinses. Next, a catalyst nucleus is made to form in an included activation solution containing noble metals which serve as the aforementioned catalyst nucleus as an activation production process on the surface of a glass substrate according to a reduction operation of a divalent metal ion which was immersed and adsorbed the above-mentioned glass substrate. Usually, it is used suitably, and in ordinary temperature, a palladium-chloride aqueous solution of a 0.05 g/l degree is immersed about 2 minutes into a palladium-chloride aqueous solution, and rinses. A susceptibility-ized production process and an activation production process are good also as the same production process by using a mixed water solution of tin chloride and a palladium chloride.

[0019] NiP electroless deposition of the glass substrate processed at an activation production process is carried out by well-known method. Usually, a commercial NiP electroless deposition bath is used and predetermined time processing of the glass substrate is carried out in a plating bath. Although thickness of a NiP electroless deposition layer is chosen as arbitration, for good magnetic-recording data medium, the range of 1-10 micrometers is good.

[0020] According to this invention persons' knowledge, in order to raise the adhesion of a glass substrate and a NiP layer, it is required to heighten a physical anchor effect and it is effective. That is, according to this invention, length formed in the substrate surface by chemical etching processing is considered that 1-5 micrometers enters [ 4-20 micrometers and width of face ] by reception-ized processing, Sn enters [ an aspect ratio ] in a detailed crevice of 0.3-0.7, and Pd enters in a reduction operation by activation further. Therefore, since a NiP film is formed into this detailed hole in case a NiP film is formed by NiP plating processing, he heightens a physical anchor effect and it is thought that adhesion with a glass substrate and a NiP deposit is strengthened by this.

[0021] If needed, polishing processing can be performed on a glass substrate which performed NiP electroless deposition can perform suitably texture processing of a texture ring by laser beam, a machine texture ring, etc. Subsequently, a magnetic-recording layer is formed according to a conventional method. Usually, it forms so that the laminating of each class may be carried out to order of Cr substrate layer, a magnetic layer, a protective layer, and a lubricating layer.

[0022] Although thickness of Cr substrate layer is set as magnetic-recording data medium according to desired magnetic properties, it is usually 100-1000Å. Cr substrate layer is usually pure -- although formed by Cr, other elements to a 20 atom % degree may be made to contain in total. Although there is usually one Cr substrate layer, if it is a request, it can also be made into multilayers which consist of two or more layers. A magnetic layer is usually formed by Co system alloy, for example, CoNiCr, CoCr, CoCrTa, CoCrPt, CoCrPtTa, CoCrPtB, CoNiPt, CoNiCrBTa, CoSm, etc. Thickness of a magnetic layer is usually 100-500Å. The number of magnetic layers may also be one, or you may be a multilayer.

[0023] A protective layer is usually formed with metallic oxides, such as carbon materials, such as amorphous carbon and hydrogenation carbon, and a silica, a zirconia, and 30-500Å of the thickness is usually 30-200Å preferably. The number of protective layers may also be one, or you may be a multilayer. A lubricating layer is formed by applying a fluorine system fluid lubrication agent etc. to a protective layer. In addition, although a protective layer and a lubricating layer are not indispensable as magnetic-recording data medium, it is very desirable [ a lubricating layer ] to prepare both this layer, considering the endurance of magnetic-recording data medium, a friction property with an arm head for record playback, etc.

[0024] Formation of a substrate layer, a magnetic layer, and a protective layer can be performed with conventional methods, such as a DC-sputtering method, a RF-sputtering method, and a vacuum deposition method. According to this invention, by performing NiP electroless deposition to the above glass substrates, it has the adhesion of sufficient strength which does not cause exfoliation with a glass substrate and a NiP electroless deposition film etc., and it becomes possible to obtain magnetic-recording data medium excellent in shock resistance.

[0025]

[Example] Hereafter, although an example explains this invention to details further, this invention is not limited to the following examples, unless the summary is exceeded. In addition, in each example, measurement and evaluation were performed on condition that the following.

(1) Using the scanning electron microscope (SEM) 600 times the surface type-like scale factor of a glass substrate of this, it leaned 40 degrees, observed to the detector of a secondary electron line, and asked for the rate of area of the crevice to the length and the width of face, the aspect ratio, and the substrate surface of a crevice on the surface of a substrate.

[0026] (2) Adhesion JISK5400 of a glass substrate and a NiP electroless deposition layer The cross cut adhesion test of 8.15 estimated adhesion. It is shown that the evaluation mark 10 have good adhesion.

(3) With the surface roughness meter (KEERUE ten call company make P-12) which has the sensing pin whose tip is  $\phi 0.2$  micrometer, center line surface roughness center line surface roughness (Ra) was performed by 240 micrometers of measurement length, and calculated and evaluated the average.

[0027] After using the crystallization glass of the  $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$  system of example 1 marketing and performing grinding (gliding) processing by bonded abrasive, it wrapped by grain-size partition #1000 (diameter of grain of maximum size 27 micrometers or less) of the artificial abrasives F0 (compound artificial emery, 3.90 or more specific gravity, 203; 45 % of the weight or more of aluminum, less than [  $\text{TiO}_2$ : 2.0 % of the weight ], 49 or less % of the weight of  $\text{ZrSiO}_3$ ) made from FUJIMIINKOPORE. The center line surface roughness (Ra) of an obtaining substrate was 0.3 micrometers.

[0028] Next, it rinsed by, immersing for 2 minutes and the above-mentioned crystallization glass at a room temperature after the washing processing for 10 minutes at 50 degrees C of bath temperature subsequently after rinsing and to the inside of 50g [l.] acid ammonium fluoride (  $\text{NH}_4\text{F}$  Kanto chemistry incorporated company 4 F-HF JIS number K8817) with the alkali detergent for glass ( PK-LCG22 by , Inc. Parker), and performing etching processing. 0.59 and the rate of area of a crevice of the aspect ratio of the detailed crevice on the obtained surface of a glass substrate were 13.4%.

[0029] Next, it is the glass substrate which has a detailed crevice  $\text{SnCl}_2$  of commercial 0.05 g/l It rinsed by having been immersed in the aqueous solution for 2 minutes at the room temperature, and susceptibility-ized processing was performed. Then,  $\text{PdCl}_2$  of commercial 0.05 g/l It rinsed by having been immersed in the aqueous solution for 2 minutes at the room temperature, and activation was performed. Subsequently, the NiP layer of 15 micrometers of thickness was formed by NiP electroless deposition. Furthermore, baking processing of 1 hour was performed at 150 degrees C. Thus, as a result of evaluating the adhesion of the obtained NiP layer and a glass substrate, evaluation mark are 10 and having good adhesion was checked.

[0030] Except having considered as the conditions which show the center line surface roughness after an example 2 - 3 polishing processing (Ra) in a table 1, it is the same method as an example 1, and the NiP electroless deposition layer was formed in the glass substrate. The adhesion of the shape of substrate surface type after etching processing, and a glass substrate and a NiP electroless deposition layer is shown in a table 1. All are 10 and the evaluation mark of adhesion have good adhesion for them.

[0031] Except having considered as the conditions which show the center line surface roughness after example of comparison 1 polishing processing (Ra) in a table 1, it is the same method as an example 1, and the NiP electroless deposition layer was formed in the glass substrate. The adhesion of the shape of substrate surface type after etching processing, and a glass substrate and a NiP electroless deposition layer is shown in a table 1. The evaluation mark of adhesion are 5 and were not able to acquire sufficient adhesion.

[0032]

[A table 1]

	A center line	A crevice	Adhesion	Surface roughness	Length	Width of face	Aspect ratio	
	Rate of area	Evaluation mark	(micrometer)	(micrometer)	(micrometer)	(%)		
	4.9	2.9	0.59	13.4	10	Example 2	0.05	3.4
	2.1	0.61	2.7	10	Example 3	0.09	3.1	
	1.5	0.48	1.3	10	Example 1 of a comparison	0.00053	4	
	3.3	0.95	0.3	5				

[Translation done.]